



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **01212769 A**(43) Date of publication of application: **25.08.89**

(51) Int. Cl.

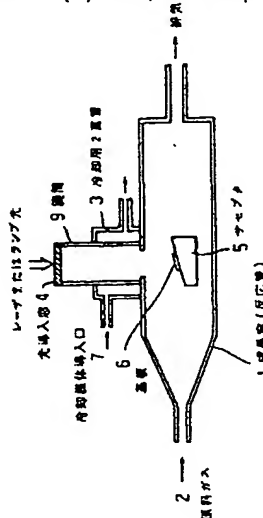
C23C 16/48
C23C 16/18(21) Application number: **63036726**(22) Date of filing: **19.02.88**(71) Applicant: **NIPPON STEEL CORP**(72) Inventor: **FUJITA YUKIHISA**
FUJII SATOSHI
INAI TORU(54) **LIGHT EXCITED VAPOR GROWTH METHOD AND DEVICE**

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

(57) Abstract:

PURPOSE: To prevent the clouding of a light introducing window without varying the internal pressure of a growth chamber or disturbing a gas flow in the chamber by indirectly cooling a lens-barrel for introducing light placed just above a substrate in the chamber.

CONSTITUTION: Light is projected on a substrate 6 set on a susceptor 5 in a growth chamber (reaction tube) 1 from the outside of the chamber 1 through a window 4 and gaseous starting material 2 is excited by the light and decomposed to form a thin film on the substrate 6. The light introducing window 4 has been fitted to the top of a lens-barrel 9 having a double tube 3 for cooling and a cooling medium (liq. nitrogen) is introduced into the tube 3 from the inlet 7 to reduce the vapor pressure of the gaseous starting material 2 near the window 4. Whether vapor growth is carried out under ordinary pressure or reduced pressure, the clouding of the window 4 is suppressed and a uniform thin film of high quality is formed.



⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平4-53947

⑬ Int. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成4年(1992)8月28日

C 23 C 16/48
H 01 L 21/205

7325-4K
7739-4M

請求項の数 4 (全4頁)

⑮ 発明の名称 光励起気相成長方法及び光励起気相成長装置

⑯ 特 願 昭63-36726

⑰ 公 開 平1-212769

⑱ 出 願 昭63(1988)2月19日

⑲ 平1(1989)8月25日

⑳ 発 明 者 藤 田 恭 久 神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日本製鐵株式会社
第1技術研究所内

㉑ 発 明 者 藤 井 智 神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日本製鐵株式会社
第1技術研究所内

㉒ 発 明 者 井 内 徹 神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日本製鐵株式会社
第1技術研究所内

㉓ 出 願 人 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号

㉔ 代 理 人 弁理士 青 柳 稔

審 査 官 木 梨 貞 男

1

2

⑳ 特許請求の範囲

1 成長室1内の基板6上に直接成長室1の外部から窓4を通して光を導入し原料ガス2を光励起して分解することにより基板6上に薄膜成長を行う光励起気相成長方法において、該成長室1の基板6直上に設置した光導入用鏡筒9を間接的に冷却することを特徴とする光励起気相成長方法。

2 成長室1内の基板6の近傍に成長室1の外部から窓4を通して光を導入し原料ガス2を光励起して分解することにより基板6上に薄膜成長を行う光励起気相成長方法において、該成長室1に基板6の近傍を光が通過するように設置した光導入用鏡筒9及び光透過用鏡筒9'を間接的に冷却することを特徴とする光励起気相成長方法。

3 原料ガス供給系と、サセプタ及び基板を設置した成長室と、排気系と、サセプタ加熱装置及び光導入系とを有する光励起気相成長装置において、冷媒用液体または気体の供給系と1個又は2個の下記構造を有する光導入用鏡筒を垂直又は水平に設置することを特徴とする光励起気相成長装置。

(イ) 円筒状又は筐体の形状であり、

(ロ) 一方の端部に光導入または光透過用の窓を設

置し、

(イ) 他方の端部を成長室に接続可能な構造となし、

(ロ) 成長室接続側に該鏡筒をかこむように、少なくとも高さ20mm以上で該冷媒用液体または気体の導入孔及び排出孔を有する密閉構造の2重管を設ける鏡筒。

4 原料ガス供給系と、サセプタ及び基板を設置した成長室と、排気系と、サセプタ加熱装置及び光導入系とを有する光励起気相成長装置において、1個又は2個の円筒状又は筐体の形状であり、一方の端部に光導入または光透過用の窓を設置し、他方の端部を成長室に接続可能な構造となしたる光導入用または光透過用鏡筒の成長室接続側の外部に複数個の電子冷凍素子を設置した光導入用鏡筒を垂直又水平に設置することを特徴とする光励起気相成長装置。

発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、光励起気相成長方法および光励起気相成長装置に関するものである。

〔従来の技術〕

光励起気相成長法(光CVD法)は原料ガスに

紫外光を照射して光化学反応により分解し基板上に薄膜成長を行う方法であり、熱分解による気相成長法に比べ低温成長が可能であるため半導体の製造プロセスの低温化技術として期待されている。第2図に光励起気相成長装置の一例として光MOCVD(有機金属相成長法)装置を示した。反応管1に原料ガス2として有機金属とキャリアガスを導入し、ランプ光またはレーザー光を光導入窓4を通して加熱されたサセプタ5上の基板6に照射し薄膜成長を行う。光導入窓4はバージガス導入管8を通して不活性ガスバージできるようになっている。

〔発明が解決しようとする課題〕

上記のような特徴をもった光励起気相成長法であるが、当初バージガス導入管8が設置されておらず光を導入するための窓に薄膜成長が起こり窓が曇ってしまうということが大きな問題となっていた。このため光照射の時間と共に成長室内の光強度が減少し十分な膜厚を得るためには成膜を一時中断し、光導入窓4をクリーニングしてから再会するという必要さえ生じる場合がある。これは生産性の低下や半導体エピタキシャル成長のような良質な薄膜の作製を困難にしていた。この問題を解決するためにバージガス導入管8を光導入窓に設置し窓に不活性ガスによるバージを行ない曇りを防止する方法が採用された。しかしながら、この方法では成長室を減圧にして膜成長を行う場合十分な効果が得られない。また、バージガスにより成長室内の圧力を不安定にしたり、ガス流れを乱してしまうという欠点があつた。これは均一で高品質な薄膜成長、特にMOCVDによる半導体エピタキシャル成長を行う場合には大きな問題である。

また、特開昭60-126822に成長室の基板より光源側に光の透過を妨げないように薄膜成長に必要な不可欠な原子又は分子を吸着させる物体を設けて窓の曇りを防止する方法が示されているが、原料ガスを直接吸着させる場合にはバージガスを必要とする場合があり、吸着させる物体に部分的に光が遮られるため均一な光照射ができず基板を回転させる必要があつたり、光CVDの特徴であるレーザーによる直接描画やマスクパターン転写などの空間的選択薄膜成長ができないと言う欠点があつた。

本発明は成長室の圧力が常圧、常圧以上または減圧であることに依らず、また、成長室内の圧力やガス流れを乱さないで光導入窓の曇りを防止し、光品質な薄膜成長、空間的選択成長が可能な光励起気相成長方法及び光励起気相成長装置を提供することを目的としている。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は成長室1内の基板6上に直接もしくは基板6の近傍に成長室1の外部から窓4を通して光を導入し原料ガス2を光励起して分解することにより基板6上に薄膜成長を行う光励起気相成長方法において、該成長室1に設置した基板6に直接または近傍を光が通過するように設置した光導入鏡筒9及び光透過用鏡筒9'を間接的に冷却することを特徴とする。

〔作用〕

以下、図面を用いて本発明を詳細に説明する。第1図は光励起気相成長装置の1例として横型成長室(反応管)1を持った光MOCVD装置を示している。この図では原料ガス供給系、排気系、サセプタ加熱装置、光導入系(光源)は省略している。第1図aは基板6に直接光を照射する場合を示し、光導入窓4は冷却用二重管3を持った鏡筒9の上端に設置されている。第1図bは基板6の近傍に平行に光を照射する場合の成長室1の基板6部分での横断面を示し、光導入窓4と光透過用窓4'はそれぞれ冷却用二重管3を持った鏡筒9、9'のはしに設置されている。成長室1に導入された原料ガス2は光照射により分解しサセプタ5上の基板6で薄膜成長する。

このような光MOCVD装置において光導入鏡筒9の成長室内を原料ガス2の流れを乱すことのないように鏡筒9を設置し、この構造を二重管となし、二重管3内に冷却媒体を導入して原料ガスを間接的に冷却することによつて鏡筒内の光導入窓4及び光透過用窓4'での原料ガス2の蒸気圧が成長室1内と比べ著しく低くできた。ここで二重管3の長さは少なくとも20mm以上必要であり、それ以下では冷却効率が不十分で原料ガス2の蒸気を十分低くすることができない。冷却する方法としては液体窒素やドライアイス、断熱膨張により冷却された気体などの冷媒を冷却用二重管3に導入する方法、または、冷却用二重管3の代わりに電子冷凍用素子を設置して冷却する方法な

とがある。第1表に原料ガスの種類とそれに適する冷却方法の1例を示した。

冷却方法は原料ガス2の蒸気圧により選択すれば良く、原料ガス2の蒸気圧が比較的高い場合、たとえばトリメチルガリウムでは蒸気圧を 10^{-4} mm Hg程度にするためには約 -200°C に冷却する必要がある液体窒素などが適している。又、水銀原*

*子のように蒸気圧が低い場合は電子冷凍でも良い。これらの方法により冷却した結果、光導入窓4部分での原料ガスの蒸気圧が非常に低くなり原料ガスの光分解をおさえられるので光導入窓4の曇りを防止できる。また、冷却方法が間接的であるので原料ガスの流れを乱すことなく品質の良い薄膜を得ることができる。

第1表 原料ガスの種類と冷却法

原料ガスの種類	必要な冷却温度	冷却方法			
		液体窒素	ドライアイス	断熱膨張	電子冷媒
有機金属ガス(トリメチルガリウム、ジメチルカドミウムなど) 水素化物ガス(ジシランなど) その他	$-100\sim-200^{\circ}\text{C}$	○		○	
一部の有機金属ガス(トリメチルインジウム)	-50°C	○	○	○	
金属原子(水銀など)	-10°C	○	○	○	○

〔実施例〕

実施例 1

第1図aに示した本発明の装置を用いて、カドミウムテルルの光MOCVD法に本願発明を実施した。反応管1内の圧力を100Torrとし、これに原料ガス2としてジメチルカドミウム(流量15 ml/min.)、ジエチルテルル(流量60 ml/min.)、キャリアガスとして水素(流量1.5 l/min.)を導入し光導入窓を、通して波長193または248ナノメートルのエキシマー・レーザ光を照射して 200°C に加熱したサセプト5上の基板6にエピタキシャル成長を行つた。冷却用二重管3を外側の管に冷却媒体導入口7から液体窒素を導入したところ、光導入窓4での原料ガス2の蒸気圧を 10^{-4} mm Hg以下とでき、窓の曇りを防止することができた。

また第1図bに示した装置を用い、上記と同様の実施例に於ても窓の曇りは完全に防止できた。

実施例 2

第1図aに示した本発明の装置を用いた水銀カドミウムテルルの光MOCVD法において光源と

して低圧水銀ランプ(波長254ナノメートル)を使用した場合、水銀増感法により間接的に原料ガスを分解できる。成長圧力100Torr、成長温度 200°C 、原料ガス2としてジメチルカドミウム(流量40 ml/min.)、ジエチルテルル(流量100 ml/min.)、キャリアガスとして水素(流量1 l/min.)、第1図には記載されていないが反応管内に水銀溜を設置し、その温度を 100°C として成長を行つた。この場合、ジメチルカドミウムおよびジエチルテルルの低圧水銀ランプ光の吸収は少なく分解はほとんど起こらなかった。また、水銀原子の蒸気圧はジメチルカドミウム(0°C で約8 mm Hg)などの有機金属ガスと比べ低い(0°C で約 10^{-4} mm Hg)ため冷却温度は実施例1に比べ高くてもよく、二重管3の代わりに電子冷凍素子を取付けて -20°C に冷却しても窓の曇りを防止できた。

以上本発明の実施例として水銀カドミウムテルルの光MOCVD法を例にとり説明したが、本発明は上記実施例に限らずGaAs, Siなどの半導体薄膜、絶縁膜、金属膜などの光励起気相成長方法

及び光励起気相成長装置に適用できる。

〔発明の効果〕

本発明によれば、光導入用窓の鏡筒を間接的に冷却することにより、光導入用窓近傍の原料ガスの蒸気圧を下げる事が可能となり、光導入窓近傍の光励起気相反応がほとんどなくなつ結果、光導入窓の曇りを常圧、減圧の成長条件を選ばずに著しく低減できる。

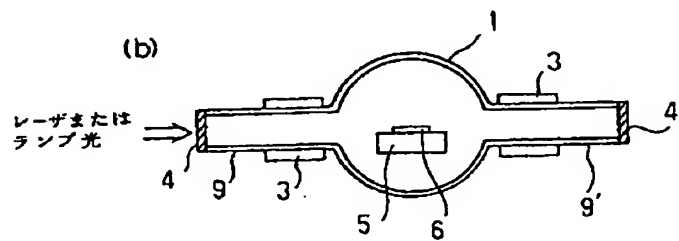
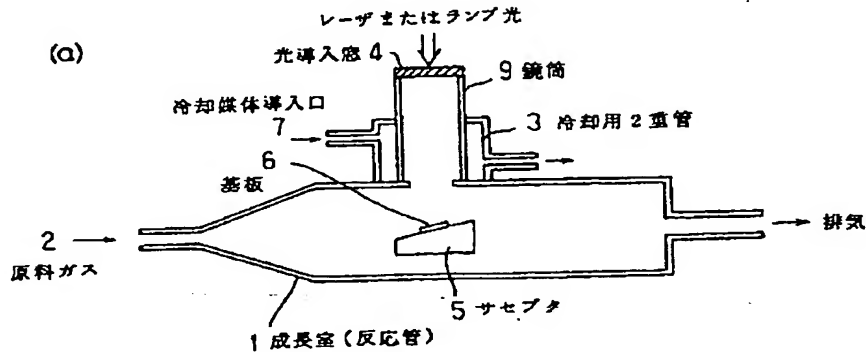
これにより窓の頻繁なクリーニングが不要となり成膜の生産性が向上する。また成長室内の圧力やガス流れを乱さないため均一な薄膜成長や高品質な半導体エピタキシャル成長薄膜の作製が可能となつた。

図面の簡単な説明

第1図に本発明の実施例の1つとして光MOCVD装置を示す説明図で、第1図aは光を基板に対し垂直に導入する場合を、bは光を基板に平行に導入する場合の成長室（反応管）の横断面図を示す。第2図には従来の光MOCVD装置の例を示す説明図である。

1……成長室（反応管）、2……原料ガス、3……冷却用2重管、4……光導入用窓、4'……光透過用窓、5……サセプタ、6……基板、7……冷却媒体入り口、8……パージガス導入管、9……光導入用鏡筒、9'……光透過用鏡筒。

第1図



第2図

